

Perbandingan Metode Analisis Permanganometri dan Serimetri dalam Penentuan Kadar Besi(II)

Frischa Andhika Putra dan R. Djarot Sugiarto
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: djarot@chem.its.ac.id

Abstrak— Telah dilakukan penelitian mengenai perbandingan metode permanganometri dan serimetri dalam menentukan kadar besi(II). Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui metode titrasi yang lebih efektif dalam menentukan kadar besi(II). Penetapan kadar besi dilakukan pada larutan Fe (II) yang telah diketahui konsentrasinya. Larutan Fe (II) yang digunakan adalah larutan dengan konsentrasi Fe (II) sebesar 5 ppm. Pengukuran dilakukan dengan mentitrasi larutan Fe (II) 5 ppm dengan menggunakan dua metode berbeda yakni permanganometri dan serimetri. Pada metode permanganometri larutan Fe (II) 5 ppm dititrasi menggunakan larutan permanganat, sedangkan pada metode serimetri larutan Fe (II) 5 ppm dititrasi menggunakan Larutan Ce (IV). Kadar besi yang terukur dengan metode permanganometri sebesar 4,8561 ppm dengan % recovery sebesar 97,122%, sedangkan kadar besi yang terukur dengan metode serimetri sebesar 4,8649 ppm dengan % recovery sebesar 97,298%. Hal ini menunjukkan bahwa keduanya merupakan metode yang sama baik dalam menentukan kadar Fe (II).

Kata Kunci— Ce(IV); Fe(II); permanganat; permanganometri Serimetri; titrasi.

I. PENDAHULUAN

Besi merupakan logam sering dijumpai dalam kehidupan sehari-hari. Hal ini karena besi mempunyai berbagai macam kegunaan. Selain itu, besi merupakan logam terbanyak di dalam perut bumi setelah aluminium. Hal ini menyebabkan industri produksi besi berkembang cukup pesat [1]. Logam besi memiliki sifat antara lain, memiliki kemampuan yang baik sebagai penghantar listrik (konduktor), penghantar panas, dapat membentuk *alloy* dengan logam lain, dapat ditempa dan dibentuk [2]. Karena sifat-sifatnya yang khas ini maka logam ini cukup populer di dalam bidang industri. Tidak hanya itu, di bidang kesehatan besi juga terkandung dalam obat penambah darah. Obat penambah darah mempunyai ukuran dosis tertentu untuk dapat dikonsumsi oleh penderita anemia [3]. Zat besi yang diperlukan tubuh sekitar 150-300 mg per hari [4]. Untuk mengatasi anemia, tubuh memerlukan asupan zat besi yang cukup karena jika berlebihan maka akan menyebabkan permeabilitas dinding pembuluh pembuluh darah kapiler meningkat, sehingga plasma darah merembes keluar yang mengakibatkan volume darah menurun dan hipoksia jaringan

menyebabkan asidosis [5]. Oleh karena itu, diperlukan sebuah metode untuk menentukan kadar besi dalam suatu sampel.

Penentuan kadar besi ada berbagai macam, salah satunya adalah dengan metode titrimetri. Menurut buku Farmakope Indonesia, penetapan kadar besi dapat dilakukan dengan menggunakan metode serimetri [6]. Metode serimetri merupakan metode titrasi yang menggunakan prinsip reaksi redoks di dalamnya. Metode ini memiliki kelebihan diantaranya adalah larutannya (serium(IV) sulfat) lebih stabil dalam penyimpanan, merupakan oksidator yang baik, larutannya kurang berwarna sehingga jelas pembacaan titik akhir dengan indikator [7]. Metode ini merupakan metode yang baik, namun metode serimetri ini menjadi jarang disukai karena bahannya yang tergolong mahal [8].

Melihat dari kekurangan metode serimetri yang bahannya tergolong mahal maka dalam penelitian ini akan ditelaah kembali kemungkinan menggunakan metode titrasi lain yang juga menggunakan prinsip reaksi redoks yaitu permanganometri. Permanganometri merupakan salah satu metode titrasi yang menggunakan prinsip reaksi reduksi dan oksidasi. Metode ini merupakan suatu metode yang sering digunakan karena permanganometri memiliki kelebihan antara lain Permanganometri merupakan oksidator kuat, tidak memerlukan indikator, mudah diperoleh dan terjangkau [9]. Adapun kekurangan dari metode ini adalah larutan ini tidak stabil dalam penyimpanan, jadi harus sering dilakukan pembakuan [7].

II. URAIAN PENELITIAN

A. Preparasi Larutan Stok

Penelitian ini diawali dengan membuat berbagai larutan stok antara lain larutan Fe(II) 50 ppm sebagai larutan standar primer untuk serium(IV), larutan H_2SO_4 6N, larutan MnO_4^- 20 ppm sebagai titran pada metode permanganometri, larutan Ce(IV) 100 ppm sebagai titran pada metode serimetri, larutan $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 50 ppm sebagai larutan standar primer untuk larutan MnO_4^- , dan larutan Fe(II) 5 ppm sebagai sampel.

B. Standarisasi Larutan MnO_4^-

Larutan MnO_4^- 20 ppm distandarisasi dengan larutan $C_2O_4^{2-}$ 100 ppm 5 mL. Sebelumnya larutan $C_2O_4^{2-}$ 100 ppm ditambahkan dengan H_2SO_4 6N sebanyak 5 tetes kemudian dipanaskan hingga temperatur 70-80°C. Titrasi dilakukan secara cepat dan suhu selama titrasi tidak boleh kurang dari 60°C. Prosedur tersebut diulangi sebanyak tiga kali dan digunakan larutan blanko (Campuran Aqua DM 5 mL dengan 5 tetes H_2SO_4 6N) sebagai pembanding.

C. Standarisasi Larutan $Ce(IV)$

Larutan Ce^{4+} 100 ppm yang telah dibuat, distandarisasi dengan larutan Fe^{2+} 50 ppm 5 mL dan digunakan 1 tetes ferroin sebagai indikator. Prosedur diulang sebanyak tiga kali dan digunakan larutan blanko (campuran aqua DM 5 mL dengan 1 tetes indikator ferroin) sebagai pembanding

D. Pengukuran Kadar Besi(II) Menggunakan Metode Permanganometri

Larutan Fe^{2+} 5ppm yang telah dibuat diambil 5 mL dan dimasukkan dalam erlenmeyer 5 mL dan ditambahkan H_2SO_4 6N sebanyak 5 tetes, larutan tersebut kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan MnO_4^- yang telah distandarisasi. Prosedur diulang sebanyak tiga kali dan dicatat volume yang dibutuhkan hingga titik akhir titrasi tercapai, lalu dihitung berapa kadar besi yang terukur.

E. Pengukuran Kadar Besi(II) Menggunakan Metode Serimetri

Larutan Fe^{2+} 5ppm yang telah dibuat diambil 5 mL dan dimasukkan dalam erlenmeyer 5 mL dan ditambahkan indikator ferroin sebanyak 1 tetes, larutan tersebut kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan Ce^{4+} yang telah distandarisasi. Prosedur diulang sebanyak tiga kali dan dicatat volume yang dibutuhkan hingga titik akhir titrasi tercapai, lalu dihitung berapa kadar besi yang terukur.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Standarisasi Larutan MnO_4^-

Larutan $KMnO_4$ dibuat dengan cara melarutkan padatannya dengan aqua DM kemudian dilakukan pemanasan hingga 30 menit. Pemanasan selama 30 menit bertujuan untuk mempercepat reaksi antara MnO_4^- dengan zat pengotor organik yang terdapat dalam pelarut. Di dalam air $KMnO_4$ mengalami reduksi menjadi padatan MnO_2 yang berwarna coklat. Kemudian dilakukan pendiaman agar MnO_2 mengendap setelah itu diambil 5 mL dan diencerkan dalam labu ukur 100 mL. Pemisahan padatan MnO_2 dari larutan dengan cara seperti itu dilakukan karena $KMnO_4$ tidak dapat disaring dengan kertas saring. Kertas saring merupakan zat organik sedangkan $KMnO_4$ tidak stabil jika berinteraksi dengan zat organik.

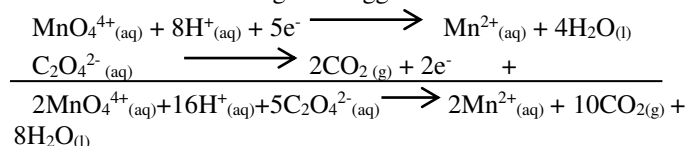
Larutan $KMnO_4$ selanjutnya distandarisasi dengan menggunakan asam oksalat ($H_2C_2O_4$) sebagai standar primernya. $KMnO_4$ mula-mula dimasukkan ke dalam buret 50

mL. Selanjutnya asam oksalat ditambahkan dengan asam sulfat 6N sebanyak 5 tetes. Fungsi penambahan asam sulfat adalah untuk memberikan suasana asam. hal ini dilakukan karena titik akhir titrasi lebih mudah diamati bila reaksi dilakukan dalam suasana asam dan reaksi H_2SO_4 tersebut tidak menghasilkan produk dan tidak bereaksi dengan titran. Pada suasana asam zat ini akan mengalami reduksi menghasilkan ion Mn^{2+} yang tidak berwarna sedangkan Apabila reaksi dilakukan dalam suasana pada pH netral atau sedikit basa maka akan terbentuk padatan MnO_2 yang berwarna coklat yang dapat mengganggu dalam penentuan titik akhir titrasi. Sebelum dilakukan standarisasi asam oksalat dipanaskan pada suhu 70-80°C fungsi pemanasan adalah untuk mempercepat reaksi antara $KMnO_4$ dengan asam oksalat karena pada suhu kamar reaksi antara keduanya cenderung lambat sehingga akan sulit untuk menentukan titik akhir reaksi.

Tabel 1. Volume MnO_4^- yang digunakan saat standarisasi

Standarisasi ke	Volume MnO_4^- yang digunakan (mL)
1	7,2
2	7,0
3	6,9
$V_{rata-rata}$	7,033
V_{blanko}	0,5

Standarisasi $KMnO_4$ menggunakan asam oksalat ini tidak menggunakan indikator eksternal untuk menentukan titik akhir reaksinya. Hal ini disebabkan $KMnO_4$ sendiri selain bertindak sebagai titran, ia juga bertindak sebagai indikator (*auto indicator*). Titik akhir titrasi ditunjukkan dengan perubahan warna dari bening menjadi merah muda sekali. Warna merah muda timbul akibat kelebihan ion permanganat. Satu tetes kelebihan ion permanganat akan menimbulkan warna merah muda yang cukup jelas terlihat. Berikut adalah reaksi dari standarisasi $KMnO_4$ dengan menggunakan asam oksalat.



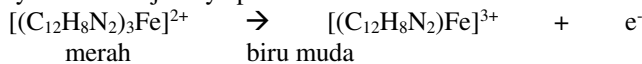
Dari percobaan yang dilakukan secara triplo (pengulangan 3 kali) didapat volume rata-rata yang digunakan untuk menstandarisasi kalium permanganat dengan menggunakan larutan $C_2O_4^{2-}$ 50 ppm adalah 7,003 mL dengan koreksi blanko sebesar 0,5 mL. Sehingga didapatkan konsentrasi MnO_4^- dalam larutan sebesar 20,6717 ppm dengan galat yang cukup bagus yaitu 3,40%.

B. Standarisasi Larutan $Ce(IV)$

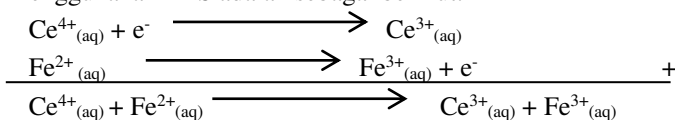
Standarisasi dilakukan untuk mengetahui secara pasti konsentrasi dari $Ce(SO_4)_2$. Sebelumnya larutan serium (IV) sulfat dibuat dari padatan $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ yang dilarutkan dalam 20 mL asam sulfat. Asam sulfat disini berfungsi sebagai pelarut padatan $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ Setelah larut barulah larutan diencerkan dengan aqua DM.

Larutan $Ce(SO_4)_2$ merupakan larutan standar sekunder, sehingga dalam penggunaannya diperlukan standarisasi terlebih dahulu menggunakan larutan standar primernya untuk

mengetahui konsentrasinya secara pasti. Larutan standar primer yang digunakan adalah Ferrous Amonium Sulfat (FAS). Standarisasi larutan serum (IV) sulfat dengan FAS menggunakan ferroin sebagai indikator. Ferroin merupakan kompleks merah terang yang terbentuk dari ortofenantrolin basa dan ion besi (II). Penentuan titik akhir titrasi menggunakan indikator ini cukup mudah karena perubahan warnanya cukup signifikan yakni dari merah menjadi biru pucat. Berikut ini adalah reaksi dari indikator ferroin yang menyebabkan terjadinya perubahan warna.



Menurut reaksi di atas indikator ferroin mengandung ion Fe^{2+} . Sehingga untuk mengurangi tingkat kesalahan dalam standarisasi maka perlu dilakukan koreksi blanko setelah standarisasi dilakukan. Pada standarisasi serum (IV) sulfat reaksi yang terjadi antara serum (IV) sulfat dengan menggunakan FAS adalah sebagai berikut.



Dari reaksi ini dapat diketahui bahwa berat ekuivalen (BE) dari besi (II) amonium sulfat sama dengan berat molekulnya karena tiap 1 molekul besi (II) sulfat setara dengan 1 mol serum (IV) yang berarti setara dengan 1 elektron sehingga ekuivalensinya 1 [7]. menurut reaksi di atas indikator ferroin mengandung ion Fe^{2+} . Sehingga untuk mengurangi tingkat kesalahan dalam standarisasi maka dilakukan koreksi blanko.

Tabel 2. Volume Ce^{4+} yang digunakan saat standarisasi

Standarisasi ke	Volume Ce^{4+} yang digunakan (mL)
1	9,9
2	9,6
3	9,7
$V_{rata-rata}$	9,733
V_{blanko}	2,2

Dari percobaan yang dilakukan secara triplo (pengulangan 3 kali) didapat volume rata-rata yang digunakan untuk menstandarisasi serum (IV) sulfat dengan menggunakan larutan besi (II) 50 ppm adalah 9,733 mL dengan koreksi blanko sebesar 2,2 mL. Sehingga didapatkan konsentrasi serum (IV) dalam larutan sebesar 83,2453 ppm dengan galat sebesar 16,76% Persen galat sebesar ini kemungkinan dikarenakan serum (IV) sulfat merupakan oksidator kuat sehingga ia akan dengan mudah mengalami reduksi bila terjadi interaksi dengan zat lain yang merupakan reduktor.

C. Perbandingan Metode Permanganometri dan Serimetri

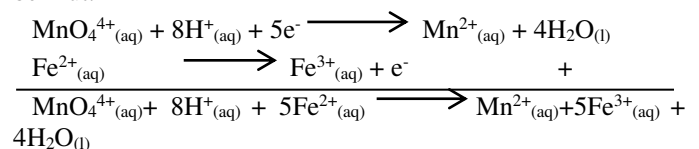
Tujuan dari percobaan ini adalah untuk membandingkan metode permanganometri dan serimetri. Tahap awal yang dilakukan dalam penentuan kadar besi baik pada metode serimetri dan permanganometri adalah pembuatan larutan Fe^{2+} 5 ppm. Larutan ini dibuat dari padatan $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ atau ferrous amonium sulfat hexahidrat. Mula-mula padatan tersebut digunakan untuk membuat larutan Fe^{2+} 100 ppm

kemudian dilakukan pengenceran hingga konsentrasi menjadi 5 ppm. Selanjutnya larutan Fe^{2+} 5 ppm barulah diuji menggunakan kedua metode tersebut. Parameter yang digunakan adalah persen recovery, semakin dekat persen recovery dengan konsentrasi sebenarnya maka semakin baik metode tersebut untuk digunakan.

Tabel 3. Volume larutan MnO_4^- yang diperlukan pada saat titrasi sampel

Titirasi ke	Konsentrasi awal	Volume Ce ⁴⁺
1	5 ppm	1,0 mL
2		1,1 mL
3		0,9 mL
V _{rata-rata}		1,0 mL

Pada metode permanganometri, titrasi dilakukan tanpa menggunakan indikator, karena ion permanganat menghasilkan warna yang cukup jelas. Artinya, ion permanganat selain berperan sebagai oksidator, ion permanganat juga bertindak sebagai indikator yang dapat memberikan tanda kapan titrasi harus dihentikan. Reaksi yang terjadi saat titrasi adalah sebagai berikut.

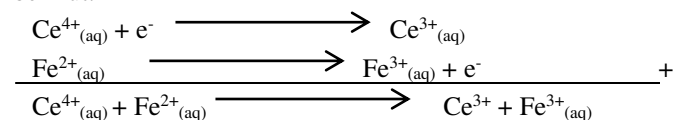


Berdasarkan data yang diambil dari 3 kali pengulangan (triplo) didapatkan rata-rata volume kalium permanganat yang dibutuhkan untuk mentitrasi adalah 1 mL dengan koreksi blanko sebesar 0,5 mL. Dari data tersebut didapatkan konsentrasi Fe^{2+} pada sampel sebesar 4,8561 ppm dengan perolehan recovery sebesar 97,12%.

Tabel 4. Volume larutan Ce^{4+} yang diperlukan pada saat titrasi sampel

Titiasi ke	Konsentrasi awal	Volume Ce ⁴⁺
1	5 ppm	2,9 mL
2		2,9 mL
3		3,0 mL
V _{rata-rata}		2,933 mL

Pada metode serimetri, titrasi dilakukan dengan menggunakan indikator eksternal. Indikator eksternal yang digunakan adalah ferroin, sama seperti yang digunakan saat standarisasi. reaksi yang terjadi saat titrasi adalah sebagai berikut.



Berdasarkan data yang diambil dari 3 kali pengulangan (triplo) didapatkan rata-rata volume serum sulfat yang dibutuhkan untuk mentitrasi adalah 2,933 mL dengan koreksi blanko sebesar 2,2 mL. Dari data tersebut didapatkan konsentrasi Fe^{2+} pada sampel sebesar 4,8649 ppm dengan perolehan recovery sebesar 97,30%.

Berdasarkan hasil yang diperoleh kedua metode tersebut menghasilkan persen recovery yang cukup baik karena berada di atas 95% yakni 97,30% untuk metode serimetri dan 97,12% untuk metode permanganometri. Uji t juga telah dilakukan

pada keduanya untuk mengetahui apakah ada perbedaan yang signifikan antara hasil pengukuran besi (II) yang ditunjukkan oleh metode permanganometri dan serimetri.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diketahui bahwa baik metode permanganometri maupun serimetri dapat digunakan sebagai metode pengukuran kadar besi (II). Hasil standarisasi yang telah dilakukan terhadap masing-masing titran diperoleh bahwa konsentrasi larutan permanganat sebesar 20,6717 ppm dan konsentrasi larutan serum (IV) sebesar 83,2453 ppm. Hasil titrasi yang diujikan terhadap sampel Fe^{2+} 5 ppm menunjukkan hasil yang baik dimana metode permanganometri dapat mengukur sampel besi sebesar 4,8561 ppm dengan persen recovery sebesar 97,12% sedangkan metode serimetri dapat mengukur sampel besi sebesar 4,8649 ppm dengan persen recovery sebesar 97,30%. Oleh karena itu, baik permanganometri maupun serimetri merupakan metode yang sama baik dalam menentukan kadar besi (II).

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih pada Bapak Djarot Sugiarso K.S. atas bimbingannya selama penelitian hingga skripsi selesai. Bapak dan Ibu dosen Kimia ITS atas semua ilmu dan saran yang telah diberikan. Kedua orang tua dan keluarga serta teman – teman Jurusan Kimia ITS yang selalu memberikan dukungan dan doa.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Canham, G.R. & Overtone, T. 2003. *Descirptive Inorganic Chemistry*, 3rd ed. New York: WH. Freeman and Company.
- [2] Palar., 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- [3] Harisman, Ferry Riyanto. 2013. *Analisis Kadar Total Besi dalam Tablet Multivitamin Penambah Darah menggunakan Spektrofotometri UV-Vis*. Surabaya: Rancangan Tugas Akhir Kimia FMIPA ITS.
- [4] Marzuki, Asnah., Yushinta Fujaya., dkk. 2013. *Analisis Kandungan Kalsium (Ca) dan Besi pada Kepiting Bakau (Scylla olivaceae) Cangkang Keras dan Cangkang Lunak dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*. Makassar: Universitas Hasanuddin. *Majalah Farmasi dan Farmakologi*, Vol 17 (2): 31–34.
- [5] Hartono, Elina., dkk. 2010. *Analisis Besi (Fe) dalam Air Sumur di Daerah Kergan, Sukoharjo secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Surakarta: Universitas Setia Budi. *Jurnal Farmasi Indonesia*, Vol 7 (1): 12–17.
- [6] Depkes RI.2009.*Farmakope Indonesia edisi IV*. Jakarta: Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan.
- [7] Mursyidi, A., dan Rohman, Abdul, 2006, *Pengantar Kimia Farmasi Analisis Volumetri dan Gravimetri*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- [8] Roth, H.J., dan Blaschke.G. 1998. *Analisis Farmasi*. Surabaya: Airlangga University Press
- [9] Khopkar, SM.2003.*Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia.